



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年11月19日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-353340

出 願 人

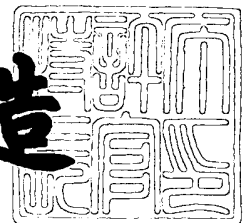
Applicant(s):

チッソ株式会社

2001年12月 7日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3107490

【書類名】 特許願

【整理番号】 760146

【提出日】 平成13年11月19日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C05G 3/00

【発明者】

    【住所又は居所】 熊本県水俣市古賀町二丁目8番1号

    【氏名】 坂本 淳

【発明者】

    【住所又は居所】 福岡県北九州市八幡西区椋枝2丁目1番3号

    【氏名】 原田 典明

【発明者】

    【住所又は居所】 熊本県水俣市野口町1番1号 チッソ株式会社 水俣製造所内

    【氏名】 福田 健司

【特許出願人】

    【識別番号】 000002071

    【氏名又は名称】 チッソ株式会社

    【代表者】 後藤 舜吉

    【電話番号】 03-3284-8541

【手数料の表示】

    【予納台帳番号】 012276

    【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

    【物件名】 明細書 1

    【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 肥料、肥料の製造方法、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法、および作物の栽培方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 難水溶性リン酸質肥料および尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を含有する肥料。

【請求項 2】 難水溶性リン酸質肥料が、その難水溶性リン酸質肥料を下記式で示される重量比で 3 0℃の 2 重量%クエン酸水溶液に浸漬後、含有するリン酸成分の 8 0 重量%が該クエン酸水溶液に溶出するのに要する時間が 0. 1 ～ 2 0 0 0 分の範囲である溶出特性を有する請求項 1 記載の肥料。

式：難水溶性リン酸質肥料／2 重量%クエン酸水溶液（重量比）=0.0127

【請求項 3】 難水溶性リン酸質肥料が、リン鉱石、熔成リン肥、および焼成リン肥から選ばれた 1 種以上である請求項 1 記載の肥料。

【請求項 4】 難水溶性リン酸質肥料の含有割合が、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して  $P_2O_5$  換算で 0. 0 1 ～ 5 重量%の範囲である請求項 1 記載の肥料。

【請求項 5】 尿素－脂肪族アルデヒド縮合物が、2－オキソ－4－メチル－6－ウレイドヘキサヒドロピリミジンまたはホルムアルデヒド縮合尿素である請求項 1 記載の肥料。

【請求項 6】 水溶性リン酸の含有割合が、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して  $P_2O_5$  換算で 0. 5 重量%以下である請求項 1 記載の肥料。

【請求項 7】 形状が粒子状である請求項 1 記載の肥料。

【請求項 8】 粒子径が 1 ～ 5 0 m m の範囲である請求項 7 記載の肥料。

【請求項 9】 さらに撥水性物質を含有する請求項 7 記載の肥料。

【請求項 1 0】 撥水性物質が 6 0 ～ 1 3 0℃の範囲の融点を有する請求項 9 記載の肥料。

【請求項 1 1】 撥水性物質が、天然ワックスおよび合成ワックスから選ばれた 1 種以上である請求項 9 記載の肥料。

【請求項 1 2】 天然ワックスが、硬化ひまし油およびその誘導体から選ばれた

1 種以上である請求項 1 1 記載の肥料。

【請求項 1 3】 撥水性物質の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対する含有割合が 0. 1 ～ 2 0 重量%の範囲である請求項 9 記載の肥料。

【請求項 1 4】 請求項 9 記載の肥料の製造方法であって、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および水を原料として粒子を造粒する工程（造粒工程）と、該撥水性物質の融点以上 5 0 0 ℃以下の温度である気体を用いて該粒子の乾燥を行う工程（乾燥工程）とを有する肥料の製造方法。

【請求項 1 5】 造粒工程における該原料の温度が、該撥水性物質の融点より 0 ～ 4 0 ℃低い温度である請求項 1 4 記載の肥料の製造方法。

【請求項 1 6】 造粒工程における粒子の造粒を攪拌混合造粒機を用いて行う請求項 1 4 記載の肥料の製造方法。

【請求項 1 7】 撥水性物質が粒子状である請求項 1 4 記載の肥料の製造方法。

【請求項 1 8】 撥水性物質粒子の粒径が 0. 0 0 5 ～ 1 m m の範囲である請求項 1 7 記載の肥料の製造方法。

【請求項 1 9】 水の割合が、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の総量に対して 5 ～ 3 0 重量%の範囲である請求項 1 4 記載の肥料の製造方法。

【請求項 2 0】 難水溶性リン酸質肥料を下記式で示される重量比で 3 0 ℃の 2 重量%クエン酸水溶液に浸漬後、含有するリン酸成分の 8 0 重量%が該クエン酸水溶液に溶出するのに要する時間が 0. 1 ～ 2 0 0 0 分の範囲である溶出特性を有する難水溶性リン酸質肥料を、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に添加することを特徴とする尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

式：難水溶性リン酸質肥料／2 重量%クエン酸水溶液（重量比）=0.0127

【請求項 2 1】 該難水溶性リン酸質肥料の添加割合が、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して  $P_2O_5$  換算で 0. 0 1 ～ 5 重量%の範囲である請求項 2 0 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 2】 尿素－脂肪族アルデヒド縮合物が、2－オキソ－4－メチル－6－ウレイドヘキサヒドロピリミジンまたはホルムアルデヒド縮合尿素である請

請求項 2 0 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 3】 さらに撥水性物質を添加することを特徴とする請求項 2 0 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 4】 撥水性物質が 6 0 ～ 1 3 0 ℃ の範囲の融点を有する請求項 2 3 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 5】 撥水性物質が、天然ワックスおよび合成ワックスから選ばれた 1 種以上である請求項 2 3 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 6】 天然ワックスが、硬化ひまし油およびその誘導体から選ばれた 1 種以上である請求項 2 5 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 7】 撥水性物質の含有割合が、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して 0 . 1 ～ 2 0 重量 % の範囲である請求項 2 3 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【請求項 2 8】 請求項 2 3 ～ 2 7 の何れか 1 項記載の無機化速度制御方法により無機化速度が制御された尿素－脂肪族アルデヒド縮合物。

【請求項 2 9】 請求項 1 ～ 1 3 の何れか 1 項記載の肥料を用いることを特徴とする作物の栽培方法。

【請求項 3 0】 請求項 2 8 記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を用いることを特徴とする作物の栽培方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、肥料、肥料の製造方法、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法、および作物の栽培方法に関する。

【 0 0 0 2 】

【従来技術】

尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を緩効性肥料として使用した際の肥効の調節は、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度を調節することによって行われて

おり、該無機化速度の調節は、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を造粒しその粒子径を調節することによって行われている。具体的には、長期に亘る肥効は該粒子径を大きくすることによって達成され、比較的短期の肥効は該粒子径を小さくすることによって達成されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、粒子径の選択により肥効が制御された尿素－脂肪族アルデヒド縮合物は、特にその粒子径の大きいものを土壤に施用した場合、施用直後から尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度が徐々に低下し、ある時期以降は該無機化速度が極端に小さくなり、該尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に窒素成分が残っているにもかかわらず肥効が発現しなくなる場合があった。

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは前述の従来技術の課題に鑑み鋭意研究を重ねた。その結果、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物と難水溶性リン酸質肥料とを併用すれば、粒子径や形状を変えることなく尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度の制御、すなわち尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を肥料として使用した際の肥効の調節が可能であることを見出し、この知見に基づいて本発明を完成させた。

【0005】

本発明は下記の(1)～(30)の構成を有する。

(1) 難水溶性リン酸質肥料および尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を含有する肥料。

【0006】

(2) 難水溶性リン酸質肥料が、その難水溶性リン酸質肥料を下記式で示される重量比で30℃の2重量%クエン酸水溶液に浸漬後、含有するリン酸成分の80重量%が該クエン酸水溶液に溶出するのに要する時間が0.1～2000分の範囲である溶出特性を有する前記第1項記載の肥料。

式：難水溶性リン酸質肥料／2重量%クエン酸水溶液（重量比）=0.0127

【0007】

(3) 難水溶性リン酸質肥料が、リン鉱石、熔成リン肥、および焼成リン肥から選ばれた1種以上である前記第1項記載の肥料。

【0008】

(4) 難水溶性リン酸質肥料の含有割合が、尿素-脂肪酸アルデヒド縮合物に対して $P_2O_5$ 換算で0.01~5重量%の範囲である前記第1項記載の肥料。

【0009】

(5) 尿素-脂肪酸アルデヒド縮合物が、2-オキソ-4-メチル-6-ウレイドヘキサヒドロピリミジンまたはホルムアルデヒド縮合尿素である前記第1項記載の肥料。

【0010】

(6) 水溶性リン酸の含有割合が、尿素-脂肪酸アルデヒド縮合物に対して $P_2O_5$ 換算で0.5重量%以下である前記第1項記載の肥料。

【0011】

(7) 形状が粒子状である前記第1項記載の肥料。

【0012】

(8) 粒子径が1~50mmの範囲である前記第7項記載の肥料。

【0013】

(9) さらに撥水性物質を含有する前記第7項記載の肥料。

【0014】

(10) 撥水性物質が60~130℃の範囲の融点を有する前記第9項記載の肥料。

【0015】

(11) 撥水性物質が、天然ワックスおよび合成ワックスから選ばれた1種以上である前記第9項記載の肥料。

【0016】

(12) 天然ワックスが、硬化ひまし油およびその誘導体から選ばれた1種以上である前記第11項記載の肥料。

【0017】

(13) 撥水性物質の尿素-脂肪酸アルデヒド縮合物に対する含有割合が0.1

～20重量%の範囲である前記第9項記載の肥料。

【0018】

(14) 前記第9項記載の肥料の製造方法であって、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および水を原料として粒子を造粒する工程（造粒工程）と、該撥水性物質の融点以上500℃以下の温度である気体を用いて該粒子の乾燥を行う工程（乾燥工程）とを有する肥料の製造方法。

【0019】

(15) 造粒工程における該原料の温度が、該撥水性物質の融点より0～40℃低い温度である前記第14項記載の肥料の製造方法。

【0020】

(16) 造粒工程における粒子の造粒を、攪拌混合造粒機を用いて行う前記第14項記載の肥料の製造方法。

【0021】

(17) 撥水性物質が粒子状である前記第14項記載の肥料の製造方法。

【0022】

(18) 撥水性物質粒子の粒径が0.005～1mmの範囲である前記第17項記載の肥料の製造方法。

【0023】

(19) 水の割合が、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の総量に対して5～30重量%の範囲である前記第14項記載の肥料の製造方法。

【0024】

(20) 難水溶性リン酸質肥料を下記式で示される重量比で30℃の2重量%クエン酸水溶液に浸漬後、含有するリン酸成分の80重量%が該クエン酸水溶液に溶出するのに要する時間が0.1～2000分の範囲である溶出特性を有する難水溶性リン酸質肥料を、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に添加することを特徴とする尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

式：難水溶性リン酸質肥料／2重量%クエン酸水溶液（重量比）=0.0127

【0025】



(21) 該難水溶性リン酸質肥料の添加割合が、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して  $P_2O_5$  換算で 0.01～5 重量%の範囲である前記第 20 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0026】

(22) 尿素－脂肪族アルデヒド縮合物が、2－オキソ－4－メチル－6－ウレイドヘキサヒドロピリミジンまたはホルムアルデヒド縮合尿素である前記第 20 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0027】

(23) さらに撥水性物質を添加することを特徴とする前記第 20 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0028】

(24) 撥水性物質が 60～130℃の範囲の融点を有する前記第 23 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0029】

(25) 撥水性物質が、天然ワックスおよび合成ワックスから選ばれた 1 種以上である前記第 23 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0030】

(26) 天然ワックスが、硬化ひまし油およびその誘導体から選ばれた 1 種以上である前記第 25 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0031】

(27) 撥水性物質の含有割合が、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して 0.1～20 重量%の範囲である前記第 23 項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法。

【0032】

(28) 前記第 23 項～第 27 項の何れか 1 項記載の無機化速度制御方法により無機化速度が制御された尿素－脂肪族アルデヒド縮合物。

【0033】

(29) 前記第1項～第13項の何れか1項記載の肥料を用いることを特徴とする作物の栽培方法。

【0034】

(30) 前記第28項記載の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を用いることを特徴とする作物の栽培方法。

【0035】

【発明の実施の形態】

本発明に必須の難水溶性リン酸質肥料は、水に難溶性で、植物に対してその正常な発育のために必要なリン酸成分を供給することが可能なものであれば特に限定されない。難水溶性リン酸質肥料は、溶解度の低いリン酸化合物を主成分とするものであっても良いが、水溶性のリン酸成分を固定化し難水溶性にしたもの、粒子状のリン酸質肥料の表面を水不溶性あるいは疎水性の物質で被覆したもの、更には、リン酸質肥料の微粉末とリン酸質以外の物質であって、水不溶性あるいは疎水性の微粉末とを混合・造粒したものなども挙げられる。

【0036】

その中でも、溶解度の低いリン酸化合物は、比較的簡便に用いることができるので好ましい。具体的には、水に対する溶解度が5g/100ml以下の物質が望ましく、例えば、熔成リン肥、加工リン酸肥料、腐植酸混合リン肥、焼成リン肥、レナニアリン肥、副産リン酸二石灰、副産リン酸三石灰、トーマスリン肥、メタリン酸加里、メタリン酸石灰、メタリン酸苦土、メタリン酸加里苦土、リン鉱石などを挙げることができる。この中でも、熔成リン肥、焼成リン肥、リン鉱石は、特に水に対する溶解度が低いことから、本発明に好ましく使用することが出来る。

【0037】

また、本発明に使用する難水溶性リン酸質肥料は、その難水溶性リン酸質肥料を下記式で示される重量比で30℃の2重量%クエン酸水溶液に浸漬後、含有するリン酸成分の80重量%が該クエン酸水溶液に溶出するのに要する時間が0.1～2000分の範囲である溶出特性を有するものであることが特に好ましい。

式：難水溶性リン酸質肥料/2重量%クエン酸水溶液（重量比）=0.0127

## 【 0 0 3 8 】

該溶出時間は具体的には次のような方法で測定することが出来る。300ml容のポリ瓶に難水溶性リン酸質肥料2gと30℃に加熱した2重量%クエン酸水溶液150mlを入れ、30℃の振とう恒温槽で振とうする。経時的に該クエン酸水溶液の上澄みを少量ずつ取り、水で希釈後、希釈液中のリン酸成分をイオンクロマトグラフィーによって定量後、溶出曲線を作成することにより、該難水溶性リン酸質肥料が含有するリン酸成分の80重量%が溶出するまでに要した時間を求めることが出来る。

## 【 0 0 3 9 】

該溶出時間が0.1～2000分の範囲であれば、尿素-脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度を容易に制御することが可能である。0.1分を下回る場合、および2000分を上回る場合には、該無機化速度の制御が困難になる場合がある。

## 【 0 0 4 0 】

リン酸質肥料の該溶出時間が0.1～2000分の範囲であるためには、該難水溶性リン酸質肥料は水に対する溶解度が低く、単一の結晶で構成されていることが好ましい。さらに、形状が粒子状である場合には粒子内に空隙が少ないものであることが好ましい。

## 【 0 0 4 1 】

本発明に使用する難水溶性リン酸質肥料の溶出時間を0.1～2000分の範囲に調節する方法は特に限定されるものではないが、例えば、難水溶性リン酸質肥料を粒子状としその粒子径を調節する方法、粒子状の難水溶性リン酸質肥料の表面を水不溶性あるいは疎水性の物質で被覆する方法、および、難水溶性リン酸質肥料の微粉末とリン酸質以外の物質であって、水不溶性あるいは疎水性の微粉末とを混合・造粒する方法などを挙げることができる。

## 【 0 0 4 2 】

そのうち、難水溶性リン酸質肥料を粒子状としその粒子径を調節する方法は、比較的簡便に実施可能であり好ましい。その際の粒子径は使用する難水溶性リン酸質肥料の種類や、要求される溶出時間によって異なるが、製造面、或いは尿素

一脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度調節の面から 0.1 ~ 2 mm の範囲であることが好ましい。

## 【 0 0 4 3 】

本発明において難水溶性リン酸質肥料の添加割合は特に限定されるものではないが、尿素一脂肪族アルデヒド縮合物に対し  $P_2O_5$  換算で 0.01 ~ 5 重量% の範囲であることが好ましい。難水溶性リン酸質肥料の添加割合がこの範囲内であれば、尿素一脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度の制御を効果的に行うことが可能である。

## 【 0 0 4 4 】

本発明において尿素一脂肪族アルデヒド縮合物は特に限定されるものではなく、直鎖状、分岐のある鎖状、環状などの何れの分子構造を持つ尿素一脂肪族アルデヒド縮合物であっても使用することが出来る。具体的には、尿素一ホルムアルデヒド縮合物、尿素一アセトアルデヒド縮合物、尿素一イソブチルアルデヒド縮合物などを挙げることができる。本発明においてはそれらのうち 1 種以上を任意に選択し使用すればよい。

## 【 0 0 4 5 】

前述の尿素一脂肪族アルデヒド縮合物のうち、尿素一アセトアルデヒド縮合物である 2-オキソ-4-メチル-6-ウレイドヘキサヒドロピリミジン（以下「CDU」と記述する。）と尿素一ホルムアルデヒド縮合物（以下「ウレアホルム」と記述する。）は、土壌中での無機化速度の制御が特に難しかったことから、CDU またはウレアホルムを本発明に使用した場合には、本発明の効果がより顕著である。

## 【 0 0 4 6 】

尿素一脂肪族アルデヒド縮合物の形状は特に限定されるものではなく、スラリ一状、粒子状、塊状の何れかの状態であっても良いが、尿素一脂肪族アルデヒド縮合物と難水溶性リン酸質肥料とを混合した際の均一性の面から、該形状は粒子状であることが好ましい。

## 【 0 0 4 7 】

尿素一脂肪族アルデヒド縮合物が粒子状である場合の粒子径は、製造時の取り

扱いの面、他原料との混合性、造粒性の面から 1 ~ 2 0 0  $\mu$  m の範囲であることが好ましい。

## 【 0 0 4 8 】

本発明肥料に含有される尿素-脂肪族アルデヒド縮合物の割合は特に限定されるものではないが、本発明の肥料に対して 5 0 ~ 9 9 . 9 8 重量% の範囲であることが好ましく、より好ましくは 7 5 ~ 9 9 . 9 8 重量% の範囲である。

## 【 0 0 4 9 】

なお、水溶性リン酸が本発明の肥料にある程度以上存在すると、本発明の効果を損なう場合があることから、本発明の肥料に含まれる水溶性リン酸の含有割合は、尿素-脂肪族アルデヒド縮合物に対して、 $P_2O_5$ 換算で 0 . 5 重量% 以下であることが好ましい。この観点から、本発明に使用する難水溶性リン酸質肥料は、リン鉱石および/または熔成リン肥であることが好ましい。

## 【 0 0 5 0 】

本発明の肥料の製造方法は特に限定されるものではないが、具体的には、スラリー状、粉状、塊状の何れかの状態である尿素-アルデヒド縮合物に、難水溶性リン酸質肥料を添加、混合することによって得ることができる。その際に使用する尿素-脂肪族アルデヒド縮合物は、難水溶性リン酸質肥料との均一分散の面から粉状であることが好ましい。

## 【 0 0 5 1 】

一方、尿素-脂肪族アルデヒド縮合物に添加混合する難水溶性リン酸質肥料は微粒状である方が混合における均一性の面では好ましい。反面、その場合、土壤中で溶解しやすく、微粒状難水溶性リン酸質肥料の大きさによっては尿素-脂肪族アルデヒド縮合物の無機化を必要以上に促進することがあり、難水溶性リン酸質肥料はある程度の大きさの粒子である方が好ましい。

## 【 0 0 5 2 】

土壤中における難水溶性リン酸質肥料の溶解速度はその種類や結晶構造等によって異なることから、難水溶性リン酸質肥料粒子の粒子径は一概に限定することは困難であるが、通常 0 . 1 5 ~ 2 m m の範囲であれば、製造、無機化速度制御効果のバランスが良好である場合が多い。

【 0 0 5 3 】

本発明の肥料の形状は特に限定されるものではなく、粉状、粒子状、棒状、および板状などの何れの形状であっても良いが、保存性、施肥時の取り扱いの面から粒子状であることが好ましい。

【 0 0 5 4 】

また、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物と難水溶性リン酸質肥料とを混合した際の均一性の面から、該難水溶性リン酸質肥料の粒子径は尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に近い粒径であることが好ましい。具体的には0.15～1mmの範囲であることが好ましい。

【 0 0 5 5 】

本発明の肥料が粒子状である場合、その粒子径は特に限定されるものではないが、1～50mmの範囲であることが好ましく、より好ましくは1.5～50mmの範囲である。該粒子径が1mm以上の場合であれば本発明の効果が顕著であり、50mmを超えるとときは施肥時の取り扱いが困難となる場合がある。

【 0 0 5 6 】

本発明の肥料を粒子状とする場合の造粒方法としては、転動造粒法、圧縮型造粒法、攪拌型造粒法、押出造粒法、破碎型造粒法、流動層および流動層多機能型造粒法、噴霧乾燥造粒法、真空凍結造粒法、液中造粒法等を挙げることができる。本発明においてはその中でも、転動造粒法、圧縮型造粒法、攪拌型造粒法、および押出造粒法を好ましい造粒方法として挙げることができる。

【 0 0 5 7 】

本発明においては、本発明の効果を損なわない範囲であれば、本発明の必須成分である難水溶性リン酸質肥料や尿素－脂肪族アルデヒド縮合物以外の成分を、本発明の原料として使用することが出来る。該成分としては肥料、各種造粒助剤、結合材などを挙げることができる。該成分は、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を混合する際に添加するのが望ましい。

【 0 0 5 8 】

肥料としては、尿素、硫安、塩安、硝安、石灰窒素、腐植酸アンモニア等の窒素質肥料、リン酸1アンモニウム、リン酸2アンモニウム、過リン酸石灰、重過

酸石灰、重焼リン、苦土重焼リン等のリン酸質肥料、硫酸グアニル尿素、オキサミド、グリコールウレア等の化学合成系緩効性肥料、硫酸加里、塩化加里、重炭酸加里、腐植酸加里、珪酸加里等の加里肥料、骨粉、油かす、肉かす等の有機質肥料、普通化成肥料、二成分複合化成肥料、高度化成肥料、石灰質肥料、苦土質肥料、ケイ酸質肥料、および微量要素肥料等を挙げることができる。本発明においては必要に応じてそれら肥料の中から1種以上を選択して用いればよい。

## 【 0 0 5 9 】

そのうちリン酸質肥料、普通化成肥料、二成分複合化成肥料、高度化成肥料、有機質肥料等のリン酸成分を含有する肥料を用いるときは、含有するリン酸成分の溶出時間と含有量を考慮して使用することが好ましい。

## 【 0 0 6 0 】

造粒助剤としては、ベントナイト、クレイ、カオリン、セリサイト、タルク、酸性白土、軽石、珪砂、珪石、ゼオライト、パーライト、バーミキュライト等の鉱物質、モミガラ、オガクズ、木質粉、パルプフロック、大豆粉等の植物質などを挙げることができる。本発明においては必要に応じてそれら造粒助剤の中から1種以上を選択して用いればよい。

## 【 0 0 6 1 】

結合材としては、アラビアゴム、アルギン酸ナトリウム、グリセリン、ゼラチン、糖蜜、微結晶セルロース、ピッチ、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリビニルピロリドン、アルミナゾル、セメント、ポリリン酸ナトリウム、リグニンスルホン酸塩、ポリビニルアルコール、ポリエチレングリコール、界面活性剤、デンプン、熱硬化性樹脂原料等を挙げることができる。本発明においては必要に応じてそれら結合剤の中から1種以上を選択して用いればよい。

## 【 0 0 6 2 】

本発明の肥料が粒子状である場合においては、本発明肥料とその他の粒子状農業資材とを組み合わせる組成物を形成することが有効である。

該農業資材としては、殺菌剤、殺虫剤、除草剤などの各種農薬、さらには前述の肥料などを挙げることができる。

## 【 0 0 6 3 】

本発明肥料の形状が粒子状である場合、原料としてさらに撥水性物質を本発明の肥料に含有させれば、難水溶性リン酸質肥料と該尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の土壌中における溶解を抑制することができ、該尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の肥効をさらに広い範囲で制御できる。

## 【 0 0 6 4 】

本発明に使用する撥水性物質は、防湿性、防水性を有する撥水性物質であれば特に限定されるものではないが、その中でも融点が60～130℃の範囲、好ましくは60～100℃の範囲である撥水性物質は、本発明に好ましく使用することが出来る。

## 【 0 0 6 5 】

該撥水性物質の融点が60℃以上であれば、本発明肥料の夏季における保存性が安定し、該融点が130℃以下であれば、本発明肥料の製造時に物温が130℃を越えるような熱処理を行う必要がなく、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の製造時における分解が生じにくい。

## 【 0 0 6 6 】

本発明においては、撥水性物質として天然ワックス、合成ワックスから選ばれた1種以上を適宜使用するのが好ましい。天然ワックスとしては、キャデリンワックス、カルナウバワックス、ライスワックス、木ろう、ホホバ油等の植物系ワックス、みつろう、ラノリン、鯨ろう等の動物系ワックス、モンタンワックス、オゾケライト、セレシン等の鉱物系ワックス、パラフィンワックス、マイクロクリスタリンワックス、ペトロラタム等の石油ワックスが挙げられ、合成ワックスとしては、フィッシャー・トロプシュワックス、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス等の合成炭化水素、モンタンワックス誘導体、パラフィンワックス誘導体、マイクロクリスタリンワックス誘導体等の変性ワックス、硬化ひまし油、硬化ひまし油誘導体等の水素化ワックス、12－ヒドロキシステアリン酸、ステアリン酸アミド、無水フタル酸イミド、塩素化炭化水素等が挙げられる。この中でも、石油ワックス、合成炭化水素が尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度を制御するのに効果的である。



## 【 0 0 6 7 】

本発明において撥水性物質の含有割合は、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対して好ましくは0.1～20重量%、さらに好ましくは1～15重量%の範囲である。0.1重量%未満のときは撥水性物質の効果が少ない場合があり、20重量%を超えるときは製造コストに見合う効果が得られにくい場合がある。

## 【 0 0 6 8 】

原料としてさらに撥水性物質を含有し、その形状が粒子状である本発明肥料の製造方法は特に限定されるものではないが、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および水を原料とする粒子を造粒し（造粒工程）、次いで該撥水性物質の融点以上500℃以下の温度である気体を用いて該粒子の乾燥を行う（乾燥工程）製造方法を挙げることができる。

## 【 0 0 6 9 】

該造粒工程においては、先ず原料となる撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および水の混合を行い、この混合物を所定の形状に造粒するのであるが、その際の混合方法としては、コンクリートミキサーなどの回転容器型混合装置による対流混合や、攪拌混合造粒機などの固定容器型混合装置による攪拌などが挙げられ、状況に応じて適宜選択すれば良い。

## 【 0 0 7 0 】

混合の際、該撥水性物質の状態は、スラリー状、粒子状、塊状、溶融状態、または溶液状態の何れかの状態であっても良いが、混合物の均一性の面から粒子状、溶融状態、或いは溶液状態であることが好ましく、その中でも特に製造時の取り扱い面や製造コストの面から粒子状であることが好ましい。

## 【 0 0 7 1 】

該撥水性物質が粒子状である場合の粒子径は、製造時の取り扱い面、他原料との混合性、造粒性の面から0.005～1mmの範囲であることが好ましい。

## 【 0 0 7 2 】

混合後の造粒方法は特に限定されるものではないが、転動造粒法、圧縮型造粒法、攪拌型造粒法、押出造粒法、破碎型造粒法、流動層および流動層多機能型造粒法等を挙げることができ、本発明においては、転動造粒法、圧縮型造粒法、攪

拌型混合造粒法、押出造粒法などによって造粒することが好ましい。

【 0 0 7 3 】

その中でも攪拌型混合造粒法は、混合および造粒を1つの装置で行うことができ、さらに温度条件の設定が容易であることから、本発明に好ましく使用することが出来る。該攪拌混合造粒機は、原料が適度に混合され造粒が可能な装置であれば特に限定されないが、本発明においては、パドル型、アンカー型、ゲート型、ダブルモーションパドル型、リボン型、スクリー型から選ばれた攪拌羽根を持つ装置が特に好ましく使用することが出来る。

【 0 0 7 4 】

造粒工程において、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および水などの原料の温度は特に限定されるものではないが、融点が60～130℃の範囲内である撥水性物質を用いる場合において、該温度は該撥水性物質の融点より0～40℃低い温度であることが好ましい。該温度はこの範囲である場合には、乾燥工程を経て得られる肥料粒子内において撥水性物質が良好に拡散する。

【 0 0 7 5 】

乾燥工程において使用する気体は特に限定されるものではなく、空気、窒素、ヘリウム、アルゴンなどを挙げることができ、その中でも空気は製造コストの面から好ましく本発明に使用することが出来る。

【 0 0 7 6 】

気体の温度は、用いる撥水性物資の融点以上であることが必須である。該融点以上の温度の気体を用いることにより、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御に対する撥水性物質の効果が増す。その理由は本発明肥料粒子に含まれる撥水性物質が溶融することにより、該粒子内において撥水性物質がさらに拡散されるためであると考えられる。さらに該気体の温度は高くとも500℃以下である。該温度が500℃を超えるときは、混合する尿素－脂肪族アルデヒド縮合物が分解する場合がある。

【 0 0 7 7 】

本発明の肥料の製造方法においては原料として水を使用する。その際の水の割

合は特に限定されるものではないが、撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、および尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の総量に対して5～30重量%の範囲であることが好ましい。

## 【0078】

本発明の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化制御方法に用いる、難水溶性リン酸肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および撥水性物質の種類、その使用割合、混合方法などは、前述の本発明肥料において用いた各物質の種類、使用割合、混合方法に準じる。

## 【0079】

本発明の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法であれば、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化率が60%に達するまでの期間における尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の平均無機化速度を調節することが可能である。リン酸成分の溶出時間が0.1～2000分の範囲である難水溶性リン酸質肥料と、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物とを含有し、その粒子径が2.36～3.35 mmの肥料である場合には、該平均無機化速度を1～10重量%/日の範囲で調節することが可能である。撥水性物質を含有する場合にはさらに広い範囲で調節が可能である。

## 【0080】

前述の平均無機化速度とは、2 L容の容器に2 mmの篩いを通った風乾土壌（熊本県植木町黒ボク土、未耕地土壌）を1 kg入れ、そこに尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を全窒素で1.0 g相当量、水を最大容水量の60%になるように入れ混合し、該容器の上縁をポリエチレンフィルムで覆い30℃の恒温室に静置し、定期的に尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化率を測定することにより得られる値であり、土壌量に対する該肥料投入量、土壌の種類、水添加量、静置環境条件等により異なる場合がある。

## 【0081】

本発明の作物の栽培方法は、本発明の肥料もしくは本発明の無機化速度制御方法により無機化速度が制御された尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を用いるものであれば、対象作物、肥培管理方法などは特に限定されるものではない。

## 【 0 0 8 2 】

本発明の肥料もしくは本発明の無機化速度制御方法により無機化速度が制御された尿素－脂肪族アルデヒド縮合物であれば、対象作物の栽培期間や養分吸収パターンに合わせて窒素成分を植物に供給することが可能であり、追肥の回数や、栽培期間後に土壌に残留する窒素成分の削減に効果的である。

## 【 0 0 8 3 】

## 【実施例】

以下実施例によって本発明を説明するが、本発明はこれら実施例により限定されるものではない。尚、以下の実施例における「％」は特に断りがない限り「重量％」である。

## 1. 肥料の製造－1（実施例1～9、比較例1の製造）

表1に示した肥料原料をそれぞれの配合割合に基づいて混合し、これに水を加えたものをニーダーを用いて混合し、難水溶性リン酸質肥料と尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の一種であるCDUとの混合物（以下「CDU混合物」と記述する。）を作成した。水の量は該CDU混合物中の水分が20％になる量とした。CDU混合物に含まれる難水溶性リン酸および水溶性リン酸の $P_2O_5$ 換算での含有割合を表2に示した。なお、本実施例においては難水溶性リン酸質肥料として、熔成リン肥および重焼リンを用いた。

## 【 0 0 8 4 】

該CDU混合物をスクリー押出式造粒機（スクリーン径3.0mmφ）を用いて押出造粒し粒状肥料を得た。該粒状肥料を回転円盤式整粒機（不二パウダル製、マルメライザーQJ400）に3kg供給し、下記運転条件で、平滑化処理を行った。処理後、熱風循環乾燥機を用い100℃の条件下で6時間乾燥し、更に、振動篩で分級して2.36～3.35mmの粒状肥料（実施例1～9、比較例1）を得た。

## 【 0 0 8 5 】

回転円盤整粒機運転条件

運転方式   ： 回分式

運転時間   ： 3min

目皿ピッチ：1 mm

回転数：788 rpm

仕込量：3 kg（1回当たり）

【0086】

【表1】

	原料組成（重量比）			
	CDU	熔成リン肥	重焼リン	硫加
実施例1	100	0.025	-	-
実施例2	100	0.05	-	-
実施例3	100	0.5	-	-
実施例4	100	5	-	-
実施例5	100	25	-	-
実施例6	100	35	-	-
実施例7	100	5	1.6	-
実施例8	100	5	2.3	-
実施例9	100	5	-	10
比較例1	100	-	-	-

【0087】

熔成リン肥：南九州化学工業（株）製 くみあい熔リン20-15-20（0.5 mmの篩を通り、150 μmの篩を通らないもの）

重焼リン：小野田化学工業（株）製 46重焼リン（0.5 mmの篩を通り、150 μmの篩を通らないもの）

CDU：チッソ（株）製 2-オキソ-4-メチル-6-ウレイドヘキサヒドロピリミジン紛粒体（150 μmの篩を通ったもの）

硫加：和光純薬工業（株）製 特級 硫酸カリウム

【0088】

【表 2】

	CDUに対する難水溶性リン酸および水溶性リン酸の含有割合（重量比）※ <sup>1</sup>	
	難水溶性リン酸	水溶性リン酸
実施例 1	0.005	-
実施例 2	0.01	-
実施例 3	0.1	-
実施例 4	1	-
実施例 5	5	-
実施例 6	7	-
実施例 7	1	0.48
実施例 8	1	0.69
実施例 9	1	-
比較例 1	-	-

※ 1 C D U を 1 0 0 と し た と き の 重 量 比

【 0 0 8 9 】

## 2. 土壌中における無機化率測定試験

2 L 容の容器に 2 m m の篩いを通った風乾土壌（熊本県植木町黒ボク土、未耕地土壌）を 1 k g 入れ、そこに実施例 1 ～ 9、比較例 1 の肥料を全窒素で 1. 0 g 相当量、水を最大容水量の 6 0 % になるように入れ混合し無機化土壌サンプルを作成した。

該無機化土壌サンプルが入った容器の上縁をポリエチレンフィルムで覆い 3 0 ℃ の恒温室に静置した。所定の期間経過後に土壌を全て回収し、よく混合した後、そのうち 1 0 g を採取した。

採取した土壌中の無機態窒素量をアンモニア態、亜硝酸態、硝酸態窒素の同時浸出測定法（養賢堂 土壌養分測定法 p 1 9 7 - p 2 0 0 に記載の方法）で測定した。

【 0 0 9 0 】

試験は全て 3 反復とし、供試土壌に元来含まれていた無機態窒素量を測定するために、肥料を施用していない試験区も設けた。このような操作を反復して無機化した窒素量と日数の関係をグラフ化して無機化率曲線を作成し、施用後 1 0 日目、2 0 日目、3 0 日目、6 0 日目の 1 日あたりの無機化率を求め表 3 に示した。この表における 1 日あたりの無機化率とは

無機化率 (%) = 無機化土壌サンプル全量における (n-1) 日目から n 日目までの 1 日間に無機化した窒素量 / 施用前の肥料に含まれる窒素量 × 100

n : 施用後日数

で求めた値である。

【0091】

【表 3】

	無機化率 (%)			
	10 日目	20 日目	30 日目	60 日目
実施例 1	1.9	1.0	0.3	0.2
実施例 2	1.9	1.1	0.5	0.3
実施例 3	2.0	1.1	0.8	0.8
実施例 4	2.6	2.3	2.0	-
実施例 5	3.2	2.8	2.5	-
実施例 6	3.3	2.7	2.4	-
実施例 7	3.0	2.7	2.8	-
実施例 8	4.2	2.0	1.3	-
実施例 9	2.5	2.3	2.1	-
比較例 1	1.9	0.9	0	0

【0092】

表 3 に示した結果から、本発明の組成であれば、一定期間後の無機化速度の低下を緩和することが可能であることが確認された。さらに、含有する難水溶性リン酸質肥料の量は、尿素-脂肪族アルデヒド縮合物に対して  $P_2O_5$  換算で 0.01~5% が望ましく、水溶性リン酸の含量は尿素-脂肪族アルデヒド縮合物に対して  $P_2O_5$  換算で 0~0.5% が望ましいことが確認された。

【0093】

### 3. 肥料の製造-2 (実施例 10~15 の製造)

表 4 に示した組成の肥料を下記の方法にて製造した。

下記「難水溶性リン酸質肥料粒子の取得と、得られた難水溶性リン酸質肥料粒子のリン酸溶出時間測定」で得られた難水溶性リン酸質肥料粒子と、CDU 粉粒体 (150  $\mu m$  の篩いを通ったもの) とを、表 4 に示した割合で投入量の合計が 20 kg となるように、容量 50 L の球形混合機に投入し 5 分間混合した。

ついで、該混合物 1 kg を直径 120 cm の回転皿型パン造粒機に入れ、40

r p mの回転速度で該混合物を転動させながら水および混合物を少量ずつ添加し、平均粒径が2.5 mm程度になるまで造粒した。造粒後、熱風循環乾燥機を用い120℃の条件下で6時間乾燥し、更に、振動篩で分級して粒子径が0.71～0.85 mmと2.36～3.35 mmの粒状肥料を得た。なお本製造例においては、難水溶性リン酸質肥料として熔成リン肥を用いた。

## 【0094】

「難水溶性リン酸質肥料粒子の取得と、得られた難水溶性リン酸質肥料粒子のリン酸溶出時間測定」

表5に示した難水溶性リン酸質肥料粒子を振動篩で分級して所定粒子径の該難水溶性リン酸質肥料粒子を得た。

分級によって得られた該難水溶性リン酸質肥料粒子2 gと、30℃に加熱した2重量%クエン酸水溶液150 mlとを、300 ml容のポリ瓶に入れ、30℃の振とう恒温槽で振とうした。経時的に上澄みを少量取り、水で希釈後、希釈液中のリン酸成分をイオンクロマトグラフィーによって定量した。測定値から溶出曲線を作成し、グラフからリン酸溶出時間を算出した。結果を表5に示す。

## 【0095】

【表4】

	原料組成 (重量比)		難水溶性リン酸質肥料粒子の粒子径 (μm)	粒状肥料の粒子径 (mm)
	CDU	難水溶性リン酸質肥料 (熔成リン肥)		
実施例10	97	3	600～710	2.36～3.35
実施例11	97	3	600～710	0.71～0.85
実施例12	97	3	150～180	2.36～3.35
実施例13	97	3	150～180	0.71～0.85
実施例14	97	3	53～75	2.36～3.35
実施例15	97	3	53～75	0.71～0.85

CDU：チッソ（株）製 2-オキソ-4-メチル-6-ウレイドヘキサヒドロピリミジン紛粒体（150 μmの篩いを通ったもの）



【0096】

【表5】

熔成リン肥粒子径 (μm)	80%溶出するのに要する時間 (分)
600～710	612
150～180	363
53～75	42

熔成リン肥：南九州化学工業（株）製 くみあい熔リン 20-15-20

【0097】

#### 4. 土壌中における無機化率測定試験

2 L 容の容器に 2 mm の篩いを通った風乾土壌（福岡県北九州市小倉北区赤色土、未耕地土壌）を 1 kg 入れ、そこに実施例 10～15 の肥料を全窒素で 1.0 g 相当量、水を最大容水量の 60 % になるように入れ混合し無機化土壌サンプルを作成した。

該無機化土壌サンプルが入った容器の上縁をポリエチレンフィルムで覆い 30 °C の恒温室に静置した。所定の期間（10 日、30 日）経過後に土壌を全て回収し、よく混合した後、そのうち 10 g を採取した。採取した土壌中の無機態窒素量をアンモニア態、亜硝酸態、硝酸態窒素の同時浸出測定法（養賢堂 土壌養分測定法 p 197 - p 200 に記載の方法）で測定した。

【0098】

試験は全て 3 反復制とし、供試土壌に元来含まれていた無機態窒素量を測定するために、肥料を施用していない試験区も設けた。このような操作を反復して無機化した窒素量と日数の関係をグラフ化して無機化率曲線を作成し、無機化率が 60 % に達するまでの期間における平均無機化率を求めた。結果を表 6 に示す。

この表における平均無機化率とは

平均無機化率（%/日）＝60 / 施用した肥料のうち無機化した窒素が 60 % に達するまでの日数 × 100

で表される。

【0099】

【表 6】

	平均無機化速度 (%/日)
実施例 1 0	1.57
実施例 1 1	3.54
実施例 1 2	2.80
実施例 1 3	3.80
実施例 1 4	3.94
実施例 1 5	4.28

## 【0 1 0 0】

本発明の肥料に関して、実施例 1 0 ～ 1 5 の肥料の平均無機化速度から、該肥料が含有する難水溶性リン酸質肥料粒子のリン酸成分溶出時間を制御すれば、含有する尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度の制御が可能なが示された。また、該肥料の粒子径が 1 m m 以上であれば、含有する尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度をより調節しやすいことが示された。

## 【0 1 0 1】

## 5. 肥料の製造－3（実施例 1 6 ～ 2 5、比較例 2 ～ 4 の製造）

表 7 に示した組成の粒状肥料を下記の方法にて製造した。

撥水性物質粉粒体（1 0 0  $\mu$  m の篩いを通ったもの）、難水溶性リン酸質肥料粒子（篩い分けによって得られた 6 0 0 ～ 7 1 0  $\mu$  m の粒子）、C D U 粉粒体（1 5 0  $\mu$  m の篩いを通ったもの）を、表 7 に示した割合で投入量の合計が 2 0 k g となるように、容量 1 3 0 L のパドル型攪拌混合造粒装置（松坂技研（株）製 レディーゲミキサー F K M - 1 3 0 D 型）に投入し、装置内を 5 0  $^{\circ}$  C に加温した。5 分間混合した後、水を所定量加え、約 2 . 5 m m の粒径になるまで造粒した。造粒後、1 2 0  $^{\circ}$  C の熱風循環乾燥機で 6 時間乾燥し、振動篩で分級して 0 . 7 1 ～ 0 . 8 5 m m と 2 . 3 6 ～ 3 . 3 5 m m の粒状肥料を得た。なお本製造例においては、難水溶性リン酸質肥料として熔成リン肥を用いた。

## 【0 1 0 2】

【表 7】

	原料組成 (重量%)			CDUに対する リン酸成分 (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) の含有割合 (重量%)	粒子径 (mm)
	CDU	難水溶性 リン酸質肥料 (熔成リン肥)	撥水性物質		
実施例 1 6	93.5	5.5	1	1.2	2.36~3.35
実施例 1 7	85	5	10	1.2	2.36~3.35
実施例 1 8	75.6	4.4	20	1.2	2.36~3.35
実施例 1 9	89.97	0.03	10	0.007	2.36~3.35
実施例 2 0	89.94	0.06	10	0.13	2.36~3.35
実施例 2 1	72	18	10	5	2.36~3.35
実施例 2 2	69	21	10	6	2.36~3.35
実施例 2 3	85	5	10	1.2	0.71~0.85
実施例 2 4	72	18	10	5	0.71~0.85
実施例 2 5	94.4	5.6	—	1.2	2.36~3.35
比較例 2	100	—	—	—	2.36~3.35
比較例 3	90	—	10	—	2.36~3.35
比較例 4	80	—	20	—	2.36~3.35

CDU：チッソ（株）製

熔成リン肥：南九州化学工業（株）製 くみあい熔リン 2 0 - 1 5 - 2 0

撥水性物質：カスターワックス F - P 小倉合成工業（株）製硬化ひまし油 融点 8 1 ℃

【 0 1 0 3 】

#### 6. 肥料の製造 - 4（実施例 2 6 ~ 3 0 の製造）

2 k g のカスターワックス F - P（1 0 0 μ m の篩いを通ったもの、小倉合成工業（株）製硬化ひまし油 融点 8 1 ℃）、1 k g の熔成リン肥（篩い分けによって得られた 6 0 0 ~ 7 1 0 μ m の粒子、南九州化学工業（株）製、くみあい熔リン 2 0 - 1 5 - 2 0）、1 7 k g の CDU 粉粒体（1 5 0 μ m の篩いを通ったもの、チッソ（株）製）をパドル型攪拌混合造粒装置（松坂技研（株）製 レディーゲミキサー FKM-1 3 0 D 型）に投入し、表 8 に示す装置内温度に加熱した。5 分間混合した後、水を所定量加え、約 2. 5 m m の粒径になるまで造粒した。造粒後、表 8 に示す温度条件の熱風循環乾燥機で 6 時間乾燥し、振動篩で分級して 2. 3 6 ~ 3. 3 5 m m の粒状肥料を得た。なお、熱風循環乾燥機の熱

風は空気である。

【0104】

【表 8】

	混合装置内温度 (°C)	熱風温度 (°C)
実施例 2 6	40	120
実施例 2 7	50	120
実施例 2 8	80	120
実施例 2 9	50	70
実施例 3 0	50	100

【0105】

#### 7. 土壌中における無機化率測定試験

2 L 容の容器に 2 mm の篩いを通った風乾土壌（熊本県水俣市土壌、赤黄色土、未耕地）を 1 k g 入れ、そこに実施例 1 6 ～ 3 0、比較例 2 ～ 4 の肥料を全窒素で 1. 0 g 相当量、水を最大容水量の 6 0 % になるように入れ混合し無機化土壌サンプルを作成した。

該無機化土壌サンプルが入った容器の上縁をポリエチレンフィルムで覆い 3 0 °C の恒温室に静置した。2 0 日毎に土壌を全て回収し、よく混合した後、そのうち 1 0 g を採取した。採取した土壌中の無機態窒素量をアンモニア態、亜硝酸態、硝酸態窒素の同時浸出測定法（養賢堂 土壌養分測定法 p 1 9 7 - p 2 0 0 に記載の方法）で測定した。

【0106】

試験は全て 3 反復制とし、供試土壌に元来含まれていた無機態窒素量を測定するために、肥料を施用していない試験区も設けた。このような操作を反復して無機化した窒素量と日数の関係をグラフ化して無機化率曲線を作成し、施用後 4 0 日までと 4 0 日から 8 0 日の期間における平均無機化率を求めた。結果を表 9 に示す。この表における平均無機化率とは

平均無機化率 (% / 1 0 日) = 施用後 4 0 日までに無機化した C D U / 施用した C D U 全量 × 1 0 0 / 4

および

平均無機化率 (% / 1 0 日) = 施用後 4 0 日から 8 0 日の期間に無機化した C D

U / 施用したCDU全量  $\times 100 / 4$

で表される。

【0107】

【表9】

	平均無機化速度 (% / 10日)	
	0～40 日	40～80 日
実施例16	9.4	6.2
実施例17	4.8	4.6
実施例18	1.5	2.8
実施例19	4.0	0.2
実施例20	4.3	1.5
実施例21	10.5	9.5
実施例22	10.7	9.8
実施例23	13.4	9.5
実施例24	13.3	9.8
実施例25	13.3	3.3
実施例26	4.7	4.7
実施例27	4.6	4.0
実施例28	3.8	5.2
実施例29	8.2	6.2
実施例30	4.6	3.9
比較例2	9.3	1.5
比較例3	4.5	0.1
比較例4	1.3	0

【0108】

本発明の肥料に関して、実施例16～30、比較例2～4の肥料の平均無機化速度から、該肥料が含有する融点が60～130℃の範囲内である撥水性物質と難水溶性リン酸質肥料により、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の全肥効期間における無機化速度の制御が可能なが示された。また、該撥水性物質の本発明肥料に対する含有割合は0.1～20重量%で、該難水溶性リン酸質肥料の尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に対する含有割合は $P_2O_5$ 換算で0.01～5重量%の範囲が好ましいことが示された。さらに、本発明肥料の粒径が1mm以上であれば、含有する尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度をより調節しやすいことが示された。

【0109】

撥水性物質を含有する場合の本発明肥料の製造方法については、実施例 2 6 ～ 3 0 の粒状肥料の平均無機化速度から、製造の際、原料の混合造粒物を該撥水性物質の融点（ $81^{\circ}\text{C}$ ）以上の熱風で処理するのが適当であることが明らかになった。また、融点が  $60 \sim 100^{\circ}\text{C}$  の範囲内である撥水性物質を用いるときは、原料となる撥水性物質、難水溶性リン酸質肥料、尿素－脂肪族アルデヒド縮合物、および水を攪拌混合造粒機に投入し、該撥水性物質の融点より  $0 \sim 40^{\circ}\text{C}$  低い温度範囲内である該混合造粒機内で混合造粒後、該撥水性物質の融点（ $81^{\circ}\text{C}$ ）以上の熱風で乾燥処理することが効果的であることが示された。

【 0 1 1 0 】

## 8. 栽培試験

実施例 2 2、2 5 及び比較例 2 の各肥料を窒素肥料として用いトマトの栽培試験を行った。なお、栽培は熊本県芦北町の圃場（赤色土）で行った。

圃場より採取した赤色土を用いて育苗した苗（品種：大豊）を圃場に定植した。定植は十分な灌水を行った後行った。栽植距離は畦幅  $90\text{ cm}$ 、株間  $40\text{ cm}$  とした。本発明の肥料は、リン酸質肥料及び加里肥料と共に定植前日に全面全層に施用した。

施肥量は、窒素肥料（実施例 2 2、2 5 及び比較例 2）を  $10\text{ a}$  換算で窒素（ $\text{N}$ ） $12\text{ kg}$ 、塩加加里（ $\text{K}_2\text{O}$ ： $63.2\%$ ）を  $\text{K}_2\text{O}$  換算で  $12\text{ kg}$  となる量とし、該窒素肥料に含まれているリン酸質肥料（但し、比較例 2 にはリン酸質肥料は含まれていない。）に合わせ過磷酸石灰（ $\text{P}_2\text{O}_5$ ： $17.0\%$ ）を用いてリン酸質肥料を  $\text{P}_2\text{O}_5$  換算で  $17\text{ kg}$  とした。

定植から 50 日目まで（栽培前期）と 50 日目から 100 日目まで（栽培後期）に着果した果実重量の総量を指数化し表 1 0 に示す。なお、果実重量の総量の指数とは、比較例 2 の肥料を用いて栽培した試験区の果実重量の総量を 1 0 0 とし、重量比で表される値である。

【 0 1 1 1 】

【表 1 0】

	窒素肥料	果実重量の総量の指数		CDU分解率 (%)	
		栽培前期	栽培後期	施用後 5 0 日 目	施用後 1 0 0 日 目
実施例 3 1	実施例 2 2	1 0 1	1 3 4	5 3	9 8
実施例 3 2	実施例 2 5	1 0 2	1 1 8	5 7	8 2
実施例 3 3	比較例 2	1 0 0	1 0 0	5 2	6 0

## 【0 1 1 2】

## 9. 圃場土壌中におけるCDU残存量の定量

容量200mlのネット袋（日本ポリ・プロダクツ（株）製チッソライトネットを用いて作製）に、「8. 栽培試験」における試験圃場の土壌を100g入れ、そこに実施例22、25、比較例2の肥料を全窒素で0.5g相当量混合し、該ネット袋を閉じた。このネット袋を「8. 栽培試験」の肥料施用日に圃場に埋め込み、施用後50日目と100日目にサンプリングし、該ネット袋中に残留するCDUを定量することにより、CDUの分解率を算出した。CDUの定量方法としては詳解肥料分析法（第二改訂、養賢堂出版）に記載の定量法を用いた。結果を表10に示す。

## 【0 1 1 3】

本発明の栽培方法に関して、表10の結果から、比較的養分吸収量が一定の作物であるトマトの場合、全栽培期間中ある程度一定の分解速度を要する尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を供試すると、栽培後期まで安定した収穫量が得られることが示された。

## 【0 1 1 4】

## 【発明の効果】

本発明の肥料および尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度制御方法であれば、粒子径や形状を変えことなく尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度の制御、すなわち尿素－脂肪族アルデヒド縮合物を肥料として使用した際の肥効の調節が可能である。

また、本発明の製造方法であれば、土壌中における難水溶性リン酸質肥料と尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の溶解を抑制することができ、該尿素－脂肪族アル

デヒド縮合物の肥効調節がさらに広い範囲で可能となる。



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 尿素－脂肪族アルデヒド縮合物の無機化速度の制御。

【解決手段】 尿素－脂肪族アルデヒド縮合物に難水溶性リン酸質肥料を添加する

。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002071]

1. 変更年月日	1990年 8月23日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府大阪市北区中之島3丁目6番32号
氏 名	チッソ株式会社